

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

THIS PAGE BLANK (USPTO)

⑬ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**
⑪ **DE 3538609 A1**

⑤ Int. Cl. 4:
C21D 8/12

⑳ Aktenzeichen: P 35 38 609.6
㉔ Anmeldetag: 30. 10. 85
㉕ Offenlegungstag: 7. 5. 86

cited in the European Search
Report of EP 93-H 4263.2
Your Ref.: 58 51

DE 3538609 A1

③① Unionspriorität: ③② ③③ ③①
31.10.84 JP 59-228014

⑦① Anmelder:
Nippon Steel Corp., Tokio/Tokyo, JP

⑦④ Vertreter:
Kador, U., Dipl.-Chem. Dr.rer.nat., Pat.-Anw., 8000
München

⑦② Erfinder:
Yoshitomi, Yasunari; Kuroki, Katsuro; Iwayama,
Kenzo, Kitakyushu, Fukuoka, JP

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑤④ Verfahren zur Herstellung von kornorientiertem Elektrostahlblech

Ein dünnes (0,10 bis 0,23 mm dickes) kornorientiertes Elektrostahlblech wird mit einem Verfahren hergestellt, das gekennzeichnet ist durch eine Entkohlung, welche nach dem Warmwalzen und vor dem Fertigkaltwalzen durchgeführt wird, worauf das bekannte Entkohlungsglühen und Fertigglühen durchgeführt wird. Die Stahlzusammensetzung wird an die Induzierung der sekundären Rekristallisation mit dem AlN-Inhibitor angepaßt. Die Reduktion beim Fertigkaltwalzen ist groß, um eine hohe Magnetflußdichte zu erreichen, tendiert jedoch zu einer Instabilisierung der sekundären Rekristallisation, wenn nicht die erfindungsgemäße Entkohlung durchgeführt wird.

DE 3538609 A1

tbl 5

THIS PAGE BLANK (USPTO)

VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON KORN-
ORIENTIERTEM ELEKTROSTAHLBLECH

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von kornorientiertem Elektrostahlblech, welches folgende Stufen umfaßt:

Glühen eines warmgewalzten Bandes, welches aus 2,5 bis 4,0% Si, 0,03 bis 0,10% C, 0,015 bis 0,040% säurelöslichem Al, 0,0040 bis 0,0100% N, 0,01 bis 0,04% S, 0,02 bis 0,2% Mn und wenigstens einem Element, das aus der Gruppe ausgewählt wird, die aus 0,04% oder weniger Se, 0,08% oder weniger Cu und 0,4% oder weniger Sn, Sb, As, Bi und Cr besteht, sowie Eisen als Rest besteht;

wenigstens zweimaliges Kaltwalzen, um ein Blech mit einer Dicke von 0,10 bis 0,23 mm zu erhalten, wobei das Fertigaltwalzen mit einer großen Reduktion von mehr als 80% bis 95% durchgeführt wird;

Zwischenglühen zwischen den Kaltwalzschritten;

Entkohlungsglühen nach dem Fertigaltwalzen und Fertigglühen

gekennzeichnet durch ein Entkohlungsglühen nach dem Warmwalzschritt und vor dem nachstehend als Zwischenentkohlungsschritt bezeichneten Fertigaltwalzschritt bei einem C Gehalt von 0,0070 bis 0,0300%.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Zwischenentkohlungsglühen beim Glühschritt des warmgewalzten Bandes durchgeführt wird.

- 1 3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Zwischenentkohlungsglühen während des Zwischenglühschrittes durchgeführt wird.
- 5 4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Zwischenentkohlungsglühen während des Glühschrittes des warmgewalzten Bandes durchgeführt wird und das Zwischenentkohlungsglühen während des Zwischenglühschrittes.

10

15

20

25

30

35

15

20

25

30

35

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Herstellung von kornorientiertem Elektrostahlblech mit einer hohen Magnetfluiddichte, einer geringen Blechstärke und einer verbesserten Leistungsverlust Charakteristik, welches Blech für Transformatorenkerne und dergleichen verwendet wird.

Das kornorientierte Elektrostahlblech ist ein weichmagnetisches Material, das hauptsächlich als Kernmaterial von Transformatoren und bei anderen elektrischen Vorrichtungen und Geräten verwendet wird. Die magnetischen Eigenschaften, die von einem kornorientierten Elektro-stahlblech verlangt werden, sind eine hervorragende Erreger-Charakteristik, welche im allgemeinen numerisch wiedergegeben wird durch B_g (die Magnetfluiddichte bei einer Magnetfeldstärke von 800 A/m), sowie eine hervorragende Leistungsverlust-Charakteristik, welche im allgemeinen numerisch wiedergegeben wird durch $W_{17/50}$ (Leistungsverlust je kg bei einer Magnetisierung bis zu 1,7 T und 50 Hz).

Das kornorientierte Elektrostahlblech wird im allgemeinen erhalten, indem das sekundäre Rekristallisationsphänomen angewendet wird und die sogenannte Goss-Textur entwickelt wird, welche eine $\{110\}$ -Ebene auf der Stahlblechoberfläche und eine $\langle 001 \rangle$ -Achse in der Walzrichtung aufweist. Um hervorragende magnetische Eigenschaften zu erhalten, ist es wichtig, die $\langle 001 \rangle$ -Achse, welche eine einfache Magnetisierungsrichtung darstellt, in Walzrichtung mit einem hohen Maß an Genauigkeit auszurichten. Neben der Orientierung haben die Blechstärke, die Korngröße, der spezifische Widerstand, die Oberflächenbeschichtung und die Reinheit des Stahles einen großen Einfluß auf die magnetischen Eigenschaften. Die Orientierung kann drastisch durch Methoden erhöht werden, bei welchen MnS und AlN

als Inhibitoren verwendet werden und ein Fertigkalzwalzen mit einem hohen Druck durchgeführt wird. Entsprechend der Erhöhung der Orientierung kann auch der Leistungsverlust drastisch verbessert werden.

Die kürzlichen erheblichen Erhöhungen der Energiekosten haben die Hersteller von Transformatoren gezwungen, für Transformatoren Materialien mit geringen Leistungsverlusten zu fordern. Amorphe Legierungen sowie 6,5% Si-Stähle sind als Materialien mit geringem Leistungsverlust entwickelt worden, jedoch bestehen noch Probleme im Hinblick auf deren Verwendung als Transformatorenmaterialien, die gelöst werden müssen. Eine Maßnahme zur Herabsetzung der Blechstärke eines kornorientierten Elektrostahlbleches verspricht eine Herabsetzung des Leistungsverlustes, weil, wie bereits bekannt, eine derartige Maßnahme hinsichtlich der Herabsetzung des Wirbelstromverlustes wirksam ist, welcher 70% und mehr des Leistungsverlustes ausmacht. Es sind daher Anstrengungen unternommen worden, die Blechstärke herabzusetzen. Die Mehrheit der üblichen kornorientierten Elektrostahlbleche ist jedoch etwa 0,30 mm dick. Diese Dicke wurde durch die Forderungen für die Montage von Transformatorenteilen bestimmt. Durch die kürzlichen starken Forderungen nach einer Energieeinsparung überlegt jedoch das Bedürfnis, die Blechstärke herabzusetzen, gegenüber einer Erhöhung des Montageaufwandes, so daß die Transformatorenhersteller nunmehr dazu tendieren, Bleche mit einer Dicke von 0,20 mm oder weniger zu verwenden. Vom Standpunkt der Stahlhersteller ist die Herstellung von dünnem genormten kornorientiertem Elektrostahlblech mit dem Problem verbunden, daß die sekundäre Rekristallisation schwierig wird. Ein Grund dafür besteht darin, daß eine grobe Reduktion notwendig ist, um dünne Produkte aus walzgewalzten Stahlblechen mit einer bestimmten Dicke herzustellen, wobei die Textur der Stahlbleche ungünstig durch diese

1 große Reduktion beeinflusst wird. Dies kann verhindert werden, indem die Blechstärke der warmgewalzten Bänder herabgesetzt wird, jedoch ist dies mit einem weiteren Problem verbunden. Die Endbehandlungstemperatur des Warmwalzprozesses wird nämlich unvermeidlich herabgesetzt, wenn das warmgewalzte Band eine niedrige Blechstärke aufweist, wodurch die AlN- und MnS-Ausfällung beschleunigt und ein übermäßiger Ausfällungswert erhalten wird, der den magnetischen Eigenschaften entgegensteht.

10 Da die Maßnahmen zur Herabsetzung der Blechstärke und damit zur Verbesserung der Textur begrenzt sind, muß ein zusätzlicher Zwischenschritt bei dem Herstellungsverfahren eingeführt werden. Das heißt, nach dem Warmwalzen werden ein Kaltwalzen, ein Zwischenglühen und ein Kaltwalzen zur Blechreduktion, bis eine bestimmte Dicke mit einer vorgegebenen Reduktionsgeschwindigkeit erhalten wird,

20 nacheinander ausgeführt. Bei diesem Verfahren wird die sekundäre Rekristallisation erheblich stabilisiert und eine hohe Magnetflußdichte problemlos erhalten. Dieses Verfahren ist jedoch zur Herstellung von Produkten mit einer Dicke von 0,18 mm oder weniger und verbesserten magnetischen Eigenschaften unzureichend. Ein Grund dafür besteht darin, daß die nicht-homogenen Regionen in der Struktur des Zwischenproduktes erhalten bleiben und

25 häufig lineare Regionen des Versagens bei der sekundären Rekristallisation verursachen. Um die Nachteile zu überwinden, die durch die Nicht-Homogenität entstehen, wird in der US-PS 3,632,456 vorgeschlagen, das warmgewalzte Band vor dem ersten Kaltwalzen zu glühen. Bei diesem Verfahren wird die sekundäre Rekristallisation in den Produkten fest stabilisiert, welche eine Blechdicke bis herab auf 0,14 mm aufweisen. Diese Stabilisierung kann auf den hohen Rekristallisationsgrad des primär kaltgewalzten und dann geglühten Blechs zurückzuführen sein, sowie auf eine drastische Verbesserung in der Struktur

1 des entkohlungsgeglühten Blechs. Die Entkohlungsglühung des kaltgewalzten Blechs bestimmt die Grundstruktur, aus der sich die sekundäre Rekristallisation entwickelt. Bei diesem Verfahren wird jedoch trotz der Stabilität der sekundären Rekristallisation die Magnetflußdichte herabgesetzt.

Aus der JP-OS 58-55530 geht hervor, das Produkt einen Schritt nach dem Warmwalzen und vor der Vervollständigung des Fertigaltwalzens zu entkohlen. Die magnetischen Eigenschaften werden durch eine solche Zwischenentkohlung angeblich verbessert. Die Bestandteile der Stähle, bei denen das Verfahren der vorstehend angegebenen Veröfentlichung angewendet wird, sind jene, die den AlN-Inhibitor nicht verwenden, wobei der Reduktionsgrad des Fertigaltwalzens 40 bis 80% beträgt.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, den Nachteil zu vermeiden, daß, wenn ein 0,10 bis 0,23 mm dickes korntorientiertes Elektrostahlblech, welches eine hohe Magnetflußdichte aufgrund der Verwendung eines hauptsächlich aus AlN bestehenden Inhibitors aufweist, hergestellt wird, eine hohe Reduktionsrate bei dem Fertigaltwalzen nicht angewendet werden kann, weil dies zu einer Destabilisierung der sekundären Rekristallisation führen würde, so daß die Magnetflußdichte nicht erhöht werden kann, weil es nicht möglich ist, einen hohen Reduktionsgrad anzuwenden.

30 Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß ein Stahl nach dem Warmwalzschritt und vor dem Fertigaltwalzschritt mit einem C-Gehalt von 0,0070 bis 0,0300% entkohlt wird, wodurch eine hohe Reduktionsrate bei dem Fertigaltwalzen angewendet werden kann, so daß ein dünnes korntorientiertes Elektrostahlblech mit einer hohen Magnetflußdichte und einem geringen Leistungsverlust erhalten werden kann.

1 Es wurden Untersuchungen angestellt, um die Blechstärke auf 0,10 bis 0,23 mm herabzusetzen und die Magnetflußdichte und den Leistungsverlust bei der Herstellung des
5 eine hohe Magnetflußdichte aufweisenden Materials zu verbessern, indem hauptsächlich AlN als Inhibitor verwendet und eine Reduktionsrate bei dem Fertigkaltnalzen von mehr als 80% angewendet wurde. Es hat sich herausgestellt, daß, wenn die Blechstärke gering ist, es notwendig ist, das
10 entkohlungsgeglühte Ausgangsmaterial an den Stellen zu stabilisieren oder mit ihm eine Kornverfeinerung vorzunehmen, an denen die sekundäre Rekristallisation einsetzt. Darüberhinaus muß die sekundäre Rekristallisation stabilisiert werden, indem die Zahl der Kerne für die sekundäre Rekristallisation erhöht wird, d.h. die Zahl der
15 primär rekristallisierten Körner mit einer {110} <001>-Orientierung.

20 Eine solche Erhöhung der Zahl der Kerne der sekundären Rekristallisation ermöglicht auch die Bildung sekundär rekristallisierter Körner mit einer genauen {110} <001>-Orientierung und setzt die Größe der sekundär rekristallisierten Körner herab.

25 Genauer gesagt, das erfindungsgemäße Verfahren umfaßt das Glühen eines warmgewalzten Bandes, ein Zwischenkaltnalzen des warmgewalzten und dann geglühten Bandes sowie eine Entkohlung in einem Umfang von 0,0070 bis 0,0300% C bei der Stufe nach dem Warmwalzen und vor dem Fertigkaltnalzen, so daß eine Blechstärke von 0,10 bis 0,23 mm erhalten wird.

30 In der Zeichnung zeigen:

35 Figur 1A, 1B und 1C mikroskopische Fotografien von Stahlblechen vor dem Fertigkaltnalzschrift; Figur 2 ein Diagramm, das den Zusammenhang zwischen den magnetischen Eigenschaften und dem Umfang der Entkohlung

1 (A C) darstellt, welche zwischen dem Warmalzschrift und dem Fertigkaltnalzschrift erhalten wird; und
5 Figur 3A und 3B mikroskopische Fotografien von warmgewalzten Stahlblechen nach dem Glühen.

10 Das Ausgangsmaterial des erfindungsgemäßen Verfahrens ist ein warmgewalztes Band. Es ist notwendig, daß das warmgewalzte Band besteht aus 2,5 bis 4,0% Si, 0,03 bis 0,10% C, 0,015 bis 0,04% säurelöslichem Al, 0,0040 bis 0,0100% N, 0,01 bis 0,04% S, 0,02 bis 0,2% Mn sowie wenigstens
15 einem Element, das aus der Gruppe ausgewählt wird, die aus 0,04% oder weniger Se, 0,08% oder weniger Cu und 0,4% oder weniger Sn, Sb, As, Bi und Cr besteht sowie Eisen als Rest.

20 Ein Silicium(Si)-Gehalt von mehr als 4,0% führt zu einer ernsthaften Versprödung und nachteiligerweise zu Schwierigkeiten beim Kaltwalzen. Bei einem Si-Gehalt von weniger als 2,5% wird der elektrische Widerstand zu niedrig, so daß es schwierig ist, eine Verbesserung des Leistungsverlustes zu erhalten.

25 Bei einem Kohlenstoff(C)-Gehalt von weniger als 0,03% wird die Stahlstruktur derart, daß die Menge der Gamma-Phase, die vor dem Entkohlungsschritt erhalten wird, zu gering ist, wodurch es schwierig wird, eine gute primäre rekristallisierte Struktur zu erhalten. Wenn andererseits der C-Gehalt mehr als 0,10% beträgt, tritt ein Versagen des Entkohnungsglühens auf.

30 Das säurelösliche Al und N sind wesentliche Elemente, um den Hauptinhibitor AlN zu erhalten, der bei der vorliegenden Erfindung für eine hohe Magnetflußdichte notwendig ist. Wenn der Gehalt an säurelöslichem Al und N außerhalb des Bereichs von 0,015 bis 0,040% bzw. von 0,0040 bis 0,0100% liegt, wird die sekundäre Rekristallisation
35 nachteiligerweise instabil.

- 1 Mangan (Mn) und Schwefel (S) sind nach der vorliegenden Erfindung erforderlich, um den Inhibitor MnS zu bilden. Wenn der Gehalt an Mn und S außerhalb des Bereichs von 0,02 bis 0,2% bzw. von 0,01 bis 0,04% liegt, wird die sekundäre Rekristallisation nachteiligerweise instabil.
- 5 Neben den vorstehend erwähnten Inhibitor bildenden Elementen muß mindestens eines der Elemente Se (0,04% oder weniger), Cu (0,08% oder weniger) sowie Sn, Sb, As, Bi und Cr (0,4% oder weniger) enthalten sein. Der maximale Gehalt dieser Elemente muß genau beachtet werden, da die sekundäre Rekristallisation bei einem Gehalt, der den Maximalgehalt übersteigt, gehindert wird.
- 15 Der warmgewalzte St-Bandstahl, der die vorstehenden Komponenten enthält und das Ausgangsmaterial des erfindungsgemäßen Verfahrens bildet, wird gegüht und anschließend wenigstens zweimal kaltgewalzt, um eine Endblechdicke von 0,10 bis 0,23 mm zu erhalten. Während der Kaltwalzschritte wird ein Zwischenglühen durchgeführt. Nach dem Fertigkaltn walzen wird das Entkohlungsglühen und dann das Fertigglühen durchgeführt. Das vorstehend beschriebene Herstellungsverfahren ist eine notwendige Voraussetzung für die Erfindung und führt zu einer relativen Stabilisierung der sekundären Rekristallisation bei einer Blechdicke von 0,14 mm oder mehr, jedoch nicht zu einer hohen Magnetflußdichte. Entsprechend einer Tendenz einer Abnahme der Magnetflußdichte kann ein niedriger Leistungsverlust nicht erhalten werden, wenn das vorstehend beschriebene Verfahren als solches ausgeführt wird. Nach der Erfindung wird der Gehalt des Kohlestoffs auf 0,0070 bis 0,0300% bei einem Zwischenentkohlungsschritt nach dem Warmwalzen und vor dem Fertigkaltn walzen herabgesetzt. Dadurch wird die sekundäre Rekristallisation auf eine Blechdicke von 0,10 mm herabstabilisiert und die Magnetflußdichte und der Leistungsverlust können

- 1 drastisch verbessert werden.
- 5 Generell gilt, daß die Gamma-Phase, welche in dem Stahl während des Warmwalzens gebildet wird, eine Verfeinerung der grob gewachsenen, langgestreckten Körner bewirkt und damit eine Ausgangs- oder Grundstruktur erhalten wird, die für ein Wachstum der sekundär rekristallisierten Körner aus dieser Struktur günstig ist. Die Gamma-Phase bewirkt eine Unterdrückung der Bildung der nicht-sekundär rekristallisierten Bereiche in linearer Form. Es ist deshalb notwendig, bei dem Stahlherzeugungsschritt Kohlenstoff in einer geeigneten Menge zuzusetzen, welche von dem Si-Gehalt abhängt. Es ist erforderlich, während eines Schrittes des Herstellungsablaufs die Entkohlung durchzuführen, da, wenn Kohlenstoff in dem Endprodukt bleibt, er eine magnetische Alterung bewirkt. Da jede Gamma-Phasebildung während des sekundären Rekristallisationsglühens der Bildung und dem Wachstum der Körner mit der gewöhnlichen Orientierung entgegensteht, muß die Entkohlung vor dem Endglühschritt durchgeführt werden, bei welchem die sekundäre Rekristallisation stattfindet. Der Entkohlungsschritt ist bei den Schritten der Herstellung des kornorientierten Elektrostahlbleches aus den vorstehend beschriebenen Gründen notwendig.
- 25 Die Entkohlung ist erfindungsgemäß dadurch charakterisiert, daß sie während eines Schrittes nach dem Warmwalzschritt und vor dem Fertigkaltn walzen durchgeführt wird, und zwar mit einem Entkohlungsgrad von 0,007 bis 0,0300%, wie nachstehend beschrieben.
- 30 Die Metallstruktur von Stahlblechen, die den Herstellungsschritten vor dem Fertigkaltn walzen unterworfen worden sind, wird nunmehr beschrieben.
- 35

1 Das 2,3 mm dicke, warmgewalzte Blech wird kaltgewalzt mit einer Reduktionsrate von 53%, um ein 1,07 mm dickes Blech zu erhalten. Dieses Blech wird dann 30 sek. auf 1130°C in einem trockenen gemischten Gas aus 90% N₂ und 10% H₂ gebracht und dann 1 min. auf 900°C, gefolgt von einem Abkühlen durch Eintauchen des Bleches in Wasser mit einer Temperatur von 100°C. Die Metallstruktur des so behandelten Stahlbleches ist in Figur 1A wiedergegeben.

10 Ein warmgewalztes Stahlblech wird auf 1100°C erwärmt und 2 min. auf 1100°C in einem trockenen gemischten Gas aus 90% N₂ und 10% H₂ gehalten, gefolgt von einem Abkühlen durch Eintauchen des Bereichs in Wasser mit einer Temperatur von 100°C. Anschließend wird das Kaltwalzen und Glühen unter den gleichen Bedingungen wie bei A durchgeführt. Die Metallstruktur des so behandelten Stahlbleches ist in Fig. 1B dargestellt.

20 Ein warmgewalztes Stahlblech wird auf 1100°C erwärmt und 2 min. bei dieser Temperatur in einem feuchten gemischten Gas (Taupunkt 65°C) aus 90% N₂ und 10% H₂ gehalten, gefolgt von einem Abkühlen durch Eintauchen des Bleches in Wasser mit einer Temperatur von 100°C. Das Kaltwalzen und Glühen wird unter den gleichen Bedingungen wie bei A anschließend durchgeführt. Die Metallstruktur des so behandelten Bleches ist in Fig. 1C dargestellt.

30 Da die warmgewalzten Bleche im Falle der Figuren 1B und C gegläht sind, ist die Rekristallisation darin stark entwickelt, verglichen mit dem Fall der Fig. 1A, bei welchem kein Glühen des warmgewalzten Bleches erfolgte. Es ist verständlich, daß, wenn Bleche mit der Metallstruktur, die in Fig. 1B und C dargestellt ist, ferner einem Kaltwalzen und einem Entkohlungsglühen unterworfen werden, die Struktur gleichmäßiger wird als in Fig. 1A dargestellt.

1 Wenn die Oberflächenstrukturen der Figuren 1B und C verglichen werden, ist ersichtlich, daß die Körner, die in Fig. 1C gezeigt sind, bei der die Glühatmosfera des warmgewalzten Bleches entkohlend ist, größer sind als in Fig. 1B, bei welcher die Glühatmosfera des warmgewalzten Bleches nicht entkohlend ist. Im Falle der Figuren 1A und B tritt keine merkliche Entkohlung auf, verglichen mit dem Ausgangs C-Gehalt von 0,070%. Im Fall der Fig. 1C beträgt die Entkohlung 0,020%, gemessen entlang der gesamten Breite des Bandstahls. Der Unterschied der Strukturen, die in Figuren 1A, B und C dargestellt sind hat einen großen Einfluß auf die Stabilität der sekundären Rekristallisation und auf die magnetischen Eigenschaften.

15 Zehn Proben, mit der Vorgeschnittene A, B und C, wurden jeweils nacheinander kaltgewalzt mit einem Reduktionsgrad von 86%, um eine Blechdicke von 0,15 mm zu erhalten. Die Proben wurden dann einem bekannten Entkohlungsglühen, der Anwendung eines Glühseparators, der hauptsächlich aus MgO bestand, einem Fertiglühen, der Anwendung einer Zugbeschichtung, die hauptsächlich aus Phosphorsäure-Chromsäure-Anhydrid bestand, und einem Backen unterworfen. Die magnetischen Eigenschaften und der Prozentsatz der sekundären Rekristallisation sind in der Tabelle 1 angegeben:

TABELLE 1

Eigenschaften, Vorgeschnittene	A	B	C
Prozentsatz der sekund. Rekristallisation	18	85	100
B ₈ (T)	1,64	1,87	1,91
W _{17/50} (W/Kg)	—	0,95	0,78

(Durchschnitt von n = 10)

1 Wie aus der Tabelle ersichtlich ist, ist der Fall C den Fällen A und B erheblich überlegen.

6 Bei den Versuchen, deren Ergebnisse in Fig. 2 dargestellt sind, enthielten die 2,3 mm dicken, warmgewalzten Bleche 3,25% Si, 0,078% C, 0,027% säurelösliches Al, 0,0083% N, 0,027% S, 0,088% Mn und 0,10% Sn.

10 Die warmgewalzten Bleche wurden bei 1050°C gegläht, einem ersten Kaltwalzen unterworfen, bei 1100°C zwischengegeglüht und dann mit einer Reduktionsrate von 81 bis 91% stark kaltgewalzt, um eine Endblechdicke von 0,175 mm zu erhalten. Die fertigkaltgewalzten Bleche wurden dann den bekannten Schritten des Entkohlungsglühens, der Anwendung eines Glühseparators, der hauptsächlich aus MgO besteht, einem Fertigglühen und schließlich der Anwendung einer Zugbeschichtung, die hauptsächlich aus

15 Phosphorsäure- und Chromsäure-Anhydrid besteht. Das Ausmaß der Entkohlung bei den Herstellungsschritten wurde variiert, indem der Taupunkt der Glühgasatmosphäre beim Glühen des warmgewalzten Bandes und/oder beim Zwischenglühen geändert wurde und eine wässrige K_2CO_3 -Lösung auf den Stahlblechen vor deren Zufuhr in den Zwischenglühofen aufgebracht wurde.

25 Wie aus Figur 2 ersichtlich, werden verbesserte magnetische Eigenschaften bei einem Entkohlungsmaß (ΔC) von 0,0070 bis 0,0300% erhalten. Obgleich es neu ist, daß die magnetischen Eigenschaften durch ein Entkohlungsmaß (ΔC) von 0,0070 bis 0,0300% verbessert werden, ist dadurch der Grund nicht notwendigerweise geklärt. Es wurde versucht, diese Gründe durch Versuche zu untersuchen, deren Ergebnisse in den Figuren 3A und B dargestellt sind.

35 Eine wässrige 30%ige K_2CO_3 -Lösung wurde auf den warmgewalzten Blechen zur Herstellung kornorientierter Elektrostahtbleche entweder aufgebracht (Blech A) oder nicht aufgebracht (Blech B). Die warmgewalzten Bleche wurden

1 auf 1050°C erwärmt und 2 min. auf dieser Temperatur in einem trockenen gemischten Gas aus 90% N_2 und 10% H_2 gehalten, gefolgt von einem Abkühlen durch Eintauchen in Wasser mit einer Temperatur von 100°C. Die mikroskopischen

5 Fotografien der Bleche A und B sind in Fig. 3A bzw. B dargestellt. Das Entkohlungsmaß (ΔC) von A und B beträgt 0,0150% bzw. 0,0030% während der C-Gehalt der warmgewalzten Bleche 0,072% beträgt. Der rekristallisierte Bereich der Stahloberfläche in Fig. 3A ist breiter als

10 der in Fig. 3B. Es ist bekannt, daß durch einen einzigen starken Kaltwalzprozeß, bei dem eine Reduktionsendrate von mehr als 80% angewendet wird, die sekundäre Rekristallisation dadurch destabillisiert wird, daß der Oberflächenrekristallisationsanteil des warmgewalzten und dann geglähten Bleches abgeschabt wird. Demgemäß wird angenommen, daß die sekundäre Rekristallisation stabilisiert wird

15 und die magnetischen Eigenschaften durch Erhöhung des Oberflächenrekristallisationsanteils durch Entkohlung verbessert werden. Wenn der Oberflächenrekristallisationsbereich durch Entkohlung tiefer gemacht wird, wie in Fig. 3A dargestellt, sind die rekristallisierten Körner an der tiefsten Stelle von der Blechoberfläche größer als jene

20 in der Mitte des Bleches, wie in Fig. 1C dargestellt. Bei einem dünnen Stahlblech mit einer Dicke von 0,10 bis 0,23 mm ist die Dicke der Oberflächenschicht, die die Kerne für die sekundäre Rekristallisation enthält, geometrisch dünn, so daß eine derartige Oberflächenschicht in direkter Nachbarschaft zu dem äußersten Teil des Stahlblechs sich befindet, wodurch sie dazu neigt, durch die Glühentemperatur während der Temperaturerhöhung des Endglühens beeinflusst zu werden. Dies kann zu einer Destabilisierung

25 der sekundären Rekristallisation führen, wobei es schwierig wird, die magnetischen Eigenschaften zu verbessern. Die Entkohlung, die erfindungsgemäß bei irgendeinem Schritt nach dem Warmwalzen und vor dem Fertigaltwalzen durchgeführt wird, führt mit Erfolg zur Bildung einer Oberflächenrekristallisation bis zu einer großen Tiefe

30

35

- 1 des Bleches, wodurch Kerne für die sekundäre Rekristallisation bis zu einer großen Tiefe des Bleches entstehen. Es ist dadurch möglich, eine starke Reduktion mit einem Ausmaß, das 80% übersteigt, bei dem Fertigkaltwalzen durchzuführen. Diese Reduktion ist im Hinblick auf die Textur ungünstig. Das heißt, es kann ein dünneres kornorientiertes Elektroblech als ein herkömmliches Blech hergestellt werden, wobei die sekundäre Rekristallisation und die magnetischen Eigenschaften stabilisiert werden.
- 10 Wenn das Ausmaß der Entkohlung (ΔC) nach der Beendigung des Warmwalzens und vor dem Fertigkaltwalzen weniger als 0,0070% beträgt, sind die Effekte, wie vorstehend beschrieben, unbefriedigend. Wenn andererseits das Ausmaß der Entkohlung (ΔC) mehr als 0,030% beträgt, ist die Menge der Gamma-Phase beim Glühschritt des warmgewalzten Bandes und beim Zwischenglühschritt zu gering, um eine geeignete primäre Rekristallisationsstruktur nach dem Entkohlungsglühen zu erhalten und um eine feine Ausfällung von AlN zustande zu bringen. Die Instabilität der sekundären Rekristallisation, wenn das Entkohlungsmaß (ΔC) 0,0300% übersteigt, dürfte auf eine derartige primär rekristallisierte Struktur und AlN-Ausfällung zurückzuführen sein.
- 20 Oberhalb der maximalen Blechdicke von 0,23 mm ist der Zwischenglühschritt nach der Erfindung nicht erforderlich. Unter der minimalen Dicke von 0,10 mm tritt eine Instabilität der sekundären Rekristallisation selbst dann auf, wenn das erfindungsgemäße Verfahren durchgeführt wird.
- 30 Die Reduktionsrate des Fertigkaltwalzens muß 80% übertreffen, um eine hohe Magnetfluiddichte zu erhalten. Wenn andererseits das Reduktionsausmaß des Fertigkaltwalzens 95% übersteigt, wird die Textur ungeeignet und es tritt eine Destabilisierung der sekundären Rekristallisation auf.

- 1 Die Entkohlung nach dem erfindungsgemäßen Verfahren kann bei irgendeinem Schritt zwischen dem Warmwalzen und dem Fertigkaltwalzen durchgeführt werden, jedoch wird sie vorzugsweise während des Glühens des warmgewalzten Bandes bei einer Temperatur zwischen 700 und 1200°C und während des Zwischenglühens durchgeführt. Als Methode zur Entkohlung wird eine feuchte Glühatmosfera verwendet oder K_2CO_3 oder dergl. auf das Stahlblech aufgetragen oder das aufgewickelte warmgewalzte Band wird durch seine in ihm enthaltene Wärme selbst geglüht.
- 10 Die nachstehenden Beispiele dienen der weiteren Erläuterung der Erfindung.
- 15 Beispiel 1
- Warmgewalzte Bleche enthalten 0,065% C, 3,25% Si, 0,088% Mn, 0,026% S, 0,028% säurelösliches Al, 0,0075% N, 0,10% Sn, 0,075% Cu und weisen eine Dicke von 2,3 mm auf. Die warmgewalzten Bleche wurden 2 min. bei 980°C in einer feuchten N_2 -Atmosphäre (Taupunkt 62°C) für die Vorgesichichte A geglüht, bei 980°C 2 min. in einer trockenen N_2 -Atmosphäre 2 min. für die Vorgesichichte B geglüht, jedoch für die Vorgesichichte C nicht geglüht. Die warmgewalzten Bleche wurden dann gebeizt und mit einer Reduktion von etwa 41% kaltgewalzt, um 1,35 mm dicke, kaltgewalzte Bleche zu erhalten. Die kaltgewalzten Bleche wurden dann auf 1130°C erwärmt und auf dieser Temperatur 30 sek. in einer trockenen Gasatmosphäre aus 90% N_2 und 10% H_2 gehalten, worauf sie 1 min. bei 900°C gehalten wurden, gefolgt von einem Abschrecken. Anschließend wurde ein Kaltwalzen mit einer Reduktion von etwa 83% durchgeführt, um 0,225 mm dicke, kaltgewalzte Bleche zu erhalten. Die kaltgewalzten Bleche wurden einem Entkohlungsglühen und der Anwendung eines Glühseparators in bekannter Weise unterworfen, worauf sie in einer Gasatmosphäre aus 10% N_2 und 90% H_2 bei einer Temperaturerhöhungsrate von 15°C/std.
- 35

- 1 auf 1200°C erwärmt wurden, gefolgt von einer 20-stündigen Reinigung bei 1200°C. Anschließend wurde die Zugbeschichtung auf die Stahlbleche aufgetragen. Die magnetischen Eigenschaften des Produktes und das Entkohlungsausmaß (ΔC) nach Beendigung des Warmwalzens und vor dem Fertigkaltnwalzen sind in Tabelle 2 angegeben.

TABELLE 2

10	Vorgeschichte	ΔC (%)	B_8 (T)	$W_{17/50}$ (w/kg)	Bemerkungen
	A	0,0090	1,93	0,82	Erfindung
	B	0,0040	1,91	0,90	Vergleich
	C	0,0020	1,90	0,92	Vergleich

Beispiel 2

- 20 Warmgewalzte Bleche enthalten 0,081% C, 3,35% Si, 0,077% Mn, 0,024% S, 0,027% säurelösliches Al, 0,0082% N, 0,15% Sn und 0,08% Cu und weisen eine Dicke von 2,3 mm auf. Die warmgewalzten Bleche wurden 3 min. bei 1050°C in einer feuchten 90% N₂-10% H₂-Gasatmosphäre (Taupunkt 55°C) für die Vorgeschichte A geglüht, bei 1050°C 3 min. in einer trockenen 90% N₂-10% H₂-Gasatmosphäre 3 min. für die Vorgeschichte B geglüht, bzw. nicht geglüht für die Vorgeschichte C. Die warmgewalzten Bleche wurden dann gebeizt und mit einer Reduktion von etwa 49% kaltgewalzt, um 1,2 mm dicke, kaltgewalzte Bleche zu erhalten. Die kaltgewalzten Bleche wurden auf 1080°C erwärmt und 2 min. auf dieser Temperatur in einer trockenen 90% N₂-10% H₂-Gasatmosphäre gehalten, gefolgt von einem Abschrecken. Anschließend wurde ein Kaltwalzen mit einer Reduktion von etwa 85% durchgeführt, um 0,175 mm dicke, kaltgewalzte Stahlbleche zu erhalten. Die kaltgewalzten Bleche wurden einem Entkohlungsglühen und der Anwendung eines Glühseparators in bekannter Weise unterworfen und dann fertig-

- 1 geglüht. Die Zugbeschichtung, die hauptsächlich aus Phosphorsäure- und Chromsäure-Anhydrid besteht, wurde dann auf die Stahlbleche aufgetragen. Die magnetischen Eigenschaften des Produktes und das Entkohlungsausmaß (ΔC) nach Beendigung des Warmwalzens und vor dem Fertigkaltnwalzen sind in Tabelle 3 wiedergegeben.

TABELLE 3

10	Vorgeschichte	ΔC (%)	B_8 (T)	$W_{17/50}$ (w/kg)	Bemerkungen
	A	0,0150	1,92	0,80	Erfindung
	B	0,0045	1,85	1,15	Vergleich
	C	0,0025	1,70	---	Vergleich

Beispiel 3

- 20 Warmgewalzte Bleche enthalten 0,072% C, 3,25% Si, 0,075% Mn, 0,028% S, 0,025% säurelösliches Al, 0,0082% N, 0,12% Sn und 0,08% Cu und weisen eine Dicke von 2,3 mm auf. Auf die warmgewalzten Bleche wurde für die Vorgeschichte A eine wässrige 30%-ige K₂CO₃-Lösung aufgetragen, während für die Vorgeschichte B diese Lösung nicht aufgetragen wurde. Die warmgewalzten Bleche wurden dann 3 min. in einer trockenen 90% N₂-10% H₂-Gasatmosphäre bei 1100°C geglüht, gefolgt von einem Abschrecken, worauf sie gebeizt wurden. Die Bleche wurden mit einer Reduktion von etwa 53% kaltgewalzt, um 1,07 mm dicke, kaltgewalzte Bleche zu ergeben. Die kaltgewalzten Bleche wurden erwärmt und 2 min. in einer trockenen N₂-Atmosphäre auf 1000°C gehalten. Anschließend wurde ein Kaltwalzen mit einer Reduktion von etwa 86% durchgeführt, um 0,15 mm dicke, kaltgewalzte Bleche zu erhalten. Die kaltgewalzten Bleche wurden einem Entkohlungsglühen und der Anwendung eines Glühseparators in bekannter Weise unterworfen, worauf sie fertiggegüht wurden. Die Zugbeschichtung, die

- 1 hauptsächlich aus Phosphorsäure- und Chromsäure-Anhydrid besteht, wurde dann auf die Stahlbleche aufgetragen. Die magnetischen Eigenschaften des Produktes und das Entkohlungsmaß (ΔC) nach Beendigung des Warmwalzens und vor dem Fertigkalwalzen sind Tabelle 4 angegeben.

TABELLE 4

Vorgeschichte	ΔC (%)	B_8 (T)	$W_{17/50}$ (w/Kg)	Bemerkungen
A	0,0180	1,92	0,77	Erfindung
B	0,0035	1,88	1,00	Vergleich

15 Beispiel 4

- Warmgewalzte Bleche enthalten 0,072% C, 3,40% Si, 0,078% Mn, 0,026% S, 0,029% säurelösliches Al, 0,0080% N, 0,09% Sn, 0,06% Cu und 0,028% Sb und weisen eine Dicke von 2,3 mm auf. Die warmgewalzten Bleche wurden 5 min. bei 1000°C in einer trockenen 90% N₂-10% H₂-Atmosphäre geglüht, gebeizt und mit einer Reduktion von etwa 22% kaltgewalzt, um 1,8 mm dicke, kaltgewalzte Bleche zu erhalten. Die kaltgewalzten Bleche wurden dann 4 min. bei 1120°C in einer trockenen 90% N₂-10% H₂-Atmosphäre geglüht, gefolgt von einem raschen Abkühlen und zwar für die Vorgeschichte A bzw. bei 1120°C 4 min. in einer feuchten 90% N₂-10% H₂-Atmosphäre (Taupunkt 60°C) geglüht, gefolgt von einem Abkühlen für die Vorgeschichte B. Die Bleche wurden dann gebeizt und mit einer Reduktion von etwa 8% kaltgewalzt, um 0,200 mm dicke, kaltgewalzte Bleche zu erhalten. Die kaltgewalzten Bleche wurden einem Entkohlungsglühen und der Anwendung eines Glühseparators in bekannter Weise unterworfen und anschließend fertiggeglüht. Die Zugbeschichtung wurde dann auf die Stahlbleche aufgetragen. Die magnetischen Eigenschaften

- 1 des Produktes und das Entkohlungsmaß (ΔC) nach Beendigung des Warmwalzens und vor dem Fertigkalwalzen ist in Tabelle 5 dargestellt.

TABELLE 5

Vorgeschichte	ΔC (%)	B_8 (T)	$W_{17/50}$ (w/Kg)	Bemerkungen
A	0,0050	1,88	0,98	Vergleich
B	0,0225	1,93	0,84	Erfindung

15

- 20
25
30
35

Fig. 2

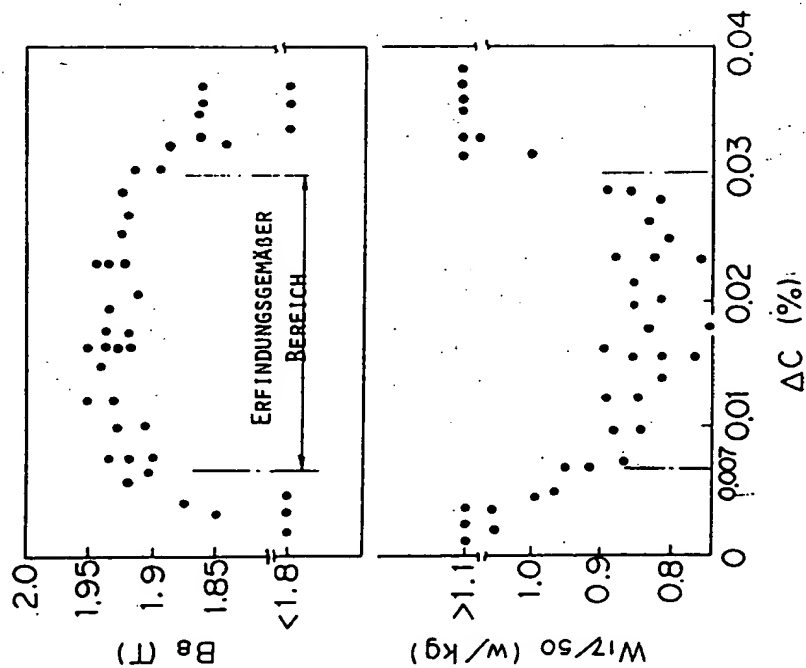


Fig. 3A



Fig. 3B



MITTE DER BLECHSTÄRKE

0.2mm

3538609

-23-

Nummer: 35 38 609
Int. Cl. 4: C 21 D 8/12
Anmeldetag: 30. Oktober 1985
Offenlegungstag: 7. Mai 1986

Fig. 1A

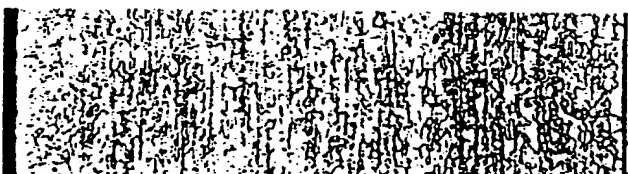
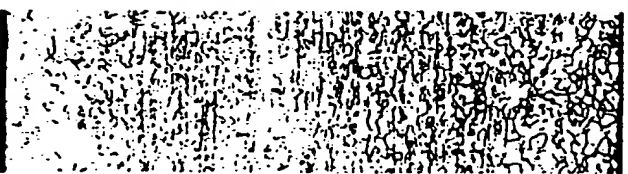


Fig. 1B



Fig. 1C



0.2 mm